

DA

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Ertelt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 234 941 A1

4(51) G 01 N 31/10

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 273 633 6 (22) 28.02.85 (44) 16.04.88

(71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, 4220 Leuna 3, DD
(72) Schödel, Rainer, Dr. Dipl.-Chem.; Keck, Michael, Dipl.-Chem.; Neumann, Ulrich, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren und Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung

(57) Verfahren und Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen mit dem Ziel, den Kostenaufwand für die katalytische Prüfung von Katalysatoren zu verringern. Die Aufgabe, Verfahren und Anordnung zu entwickeln, die mit geringem Aufwand zuverlässige Kenngrößen liefern, wird gelöst, indem man sieben bis zehn parallelgeschaltete und in einem Strahlungssofen beheizte Reaktionsrohre mit 0,05 bis 3 g Katalysatorprobe beschickt, die Gasströmungsgeschwindigkeiten von 2 bis 30 l/h in den Reaktionsrohren mit parallelgeschalteten Drosseln einstellt, das umzusetzende Substrat in die zentrale, zu den Strömungsreglern führende, gereinigte Gasströmung zudosiert, die Probenahme mittels der an den Reaktionsrohrausgängen gekoppelten Probegeber eines Probegebersystems gleichzeitig vornimmt, die Proben nacheinander dem Gaschromatographen zudosiert und die Temperatursteuerung des Strahlungssofens über in den Katalysatorschüttungen von mindestens drei Reaktionsrohren angeordneten Thermoelemente vornimmt. Die Spannungen der Thermoelemente werden mit einem rotierenden Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperatursteuerung des Strahlungssofens zugeleitet. Die Anordnung besteht aus sieben bis zehn parallelgeschalteten Reaktionsrohren. Vor den Reaktionsrohringängen ist jeweils eine Drossel angeordnet. In die zu den parallelgeschalteten Drosseln führende zentrale Gasversorgungsleitung ist eine Substratdosierstelle mit nachfolgendem Mischgefäß eingebunden. Jeder Reaktionsrohrausgang ist mit einem Probegeber eines Probegebersystems für den Gaschromatographen, bestehend aus sieben bis zehn parallelgeschalteten Probegebern, gekoppelt. Die Reaktionsrohre sind in einem Strahlungssofen angeordnet. Mindestens drei der sieben bis zehn Reaktionsrohre enthalten ein Thermoelement. Die Thermoelemente sind über einen rotierenden Abgreifer mit dem Sollwertgeber der Temperatursteuerung des Strahlungssofens zeitweise verbunden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Katalysatoraktivitätsbestimmung in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen mit Integralströmungsreaktoren im Temperaturbereich von 293 bis 893 K nach vorhergehender Katalysatoraktivierung, dadurch gekennzeichnet, daß sieben bis zehn parallelgeschaltete Reaktionsrohre, die in einem Strahlungssofen beheizt werden, mit 0,05 bis 3 g der verschiedenen Katalysatorproben beschickt werden, die Gasströmungsgeschwindigkeiten von 2 bis 30 l/h in den Reaktionsrohren mit parallelgeschalteten Drosseln eingestellt werden, das umzusetzende Substrat in die zentrale, zu den Strömungsreglern führende, gereinigte Gasströmung zudosiert wird, die Probenahme mittels der an den Reaktionsrohrausgängen gekoppelten Probegeber eines Probegebersystems gleichzeitig vorgenommen wird, die Proben nacheinander dem Gaschromatographen zudosiert werden und die Temperaturregler des Strahlungssofens über in den Katalysatorschüttungen von mindestens drei Reaktionsrohren angeordneten Thermoelementen erfolgt, indem die Spannungen der Thermoelemente der Reaktionsrohre nacheinander mittels rotierender Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperaturregler des Strahlungssofens zugeleitet werden, wobei die Übertragungszeit für jedes Thermoelement 1,5 bis 4 sec beträgt.
2. Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung, dadurch gekennzeichnet, daß sieben bis zehn Reaktionsrohre parallel geschaltet sind, vor jedem Reaktionsrohreningang eine Drossel angeordnet ist, in die zu den parallel geschalteten Drosseln führende zentrale Gasversorgungsleitung eine Substratdosierstelle mit nachfolgendem Mischgefäß eingebunden ist, jeder Reaktionsrohrausgang mit einem Probegeber eines Probegebersystems für den Gaschromatographen, bestehend aus sieben bis zehn parallelgeschalteten Probegebern, gekoppelt ist, die Reaktionsrohre in einem Strahlungssofen angeordnet sind und daß in mindestens drei der sieben bis zehn Reaktionsrohre ein Thermoelement hineinragt und die Thermoelemente über einen rotierenden Abgreifer mit dem Sollwertgeber der Temperaturregler des Strahlungssofens zeitweise verbunden sind.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Anordnung zur Bestimmung der katalytischen Wirksamkeit von Versuchskatalysatoren und technischen Katalysatoren zum Zwecke der Qualitätskontrolle und für die Vorbereitung des Einsatzes der Katalysatoren in Produktionsanlagen mit geringen Wärmetönungen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist schon seit langem bekannt, daß die katalytische Wirksamkeit von Katalysatoren mittels Mikroreaktortechnik in Laboratorien und Technika geprüft wird. Dabei sind in zahlreichen Fällen die Mikroreaktoren mit Gaschromatographen gekoppelt, mit denen eine Analyse der Reaktionsprodukte vorgenommen wird. Über den Einsatz einer solchen Mikroreaktortechnik berichtete bereits E. BAYER (Angew. Chemie 69, 732 [1957]). Diese Methode ist durch die US-Patentschrift 2 805 539 bekannt. Bei den katalytischen Untersuchungen wird die Wirksamkeit der Katalysatoren in Abhängigkeit von der Temperatur, des Druckes, der Gaszusammensetzung und anderen Untersuchungsparametern geprüft. Es ist ferner bekannt, daß für viele heterogen-katalysierte Reaktionen im technischen Maßstab Mehrrohrreaktoren eingesetzt werden. Dabei treten die Reaktionskomponenten gasförmig an einem Ende des Mehrrohrreaktors ein und durchströmen die einzelnen Rohre, in denen der Katalysator angeordnet ist. Hierbei wandeln sich die Ausgangsstoffe um und die gasförmigen Reaktionsprodukte treten an den Reaktorausgängen aus und verlassen gesammelt die Reaktoranlage.

Die BRD-OS 2 714 839 nutzt einen technischen Mehrrohrreaktor zur Überprüfung der katalytischen Wirksamkeit von Katalysatoren aus, indem ein Rohr mit Versuchskatalysator gefüllt wird, das aus diesem Rohr austretende gasförmige Reaktionsprodukt aufgefangen und analysiert wird. Für die Lösung von Suchforschungsproblemen sowie für die Qualitätskontrolle von technischen Katalysatoren ist diese Methode nur bedingt einsetzbar, da der Katalysatorprobenaufwand sehr groß ist und eine exakte Temperaturführung nicht möglich ist. Zudem besitzt diese Methode, wie auch die herkömmlichen Prüfeinrichtungen den Nachteil, daß der Aufwand an Zeit, Material und Energie relativ hoch liegt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren und eine Anordnung zur Bestimmung der katalytischen Aktivität von Katalysatoren in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen zum Zwecke der Qualitätskontrolle und für die Vorbereitung des Katalysatoreinsatzes in Produktionsanlagen mit einem geringen Kostenaufwand.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Anordnung zur Bestimmung der Wirksamkeit von Katalysatoren in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen zu entwickeln, die es gestatten, mit einem möglichst geringen Zeit-, Energie- und Materialaufwand zuverlässige und aussagekräftige Kenngrößen für die katalytische Aktivität von Versuchs- und technischen Katalysatoren zu erhalten.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Katalysatoraktivitätsbestimmung in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen mit Integralströmungsreaktoren im Temperaturbereich von 293 bis 893 K nach vorhergehender Katalysatoraktivierung gelöst, indem erfindungsgemäß sieben bis zehn parallel geschaltete Reaktionsrohre, die in einem Strahlungssofen beheizt werden, mit 0,05 bis 3 g der verschiedenen Katalysatorproben beschickt werden, die Gasströmungsgeschwindigkeiten von 2 bis 30 l/h in den Reaktionsrohren mit parallel geschalteten Drosseln eingestellt werden, das umzusetzende Substrat in die zentrale, zu den Strömungsreglern führende, gereinigte Gasströmung zudosiert wird, die Probenahme mittels der an den Reaktionsrohrausgängen gekoppelten Probegeber eines Probegebersystems gleichzeitig vorgenommen wird, die Proben nacheinander dem Gaschromatographen zudosiert werden und die Temperaturregler des Strahlungssofens über in den Katalysatorschüttungen von mindestens drei Reaktionsrohren angeordneten Thermoelementen erfolgt, indem die Spannungen der Reaktionsrohre nacheinander mittels rotierenden Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperaturregler des Strahlungssofens zugeleitet werden, wobei die Übertragungszeit für jedes Thermoelement 1,5 bis 4 sec. beträgt. Diese Aufgabe wird weiterhin durch eine Anordnung zur Katalysatoraktivitätsbestimmung erfindungsgemäß gelöst, indem sieben bis zehn Reaktionsrohre parallel geschaltet sind, vor jedem Reaktionsrohreningang eine Drossel angeordnet ist, in die zu den parallel geschalteten Drosseln führende zentrale Gasversorgungsleitung eine Substratdosierstelle mit nachfolgendem Mischgefäß eingebunden ist, jeder Reaktionsrohrausgang mit einem Probegeber eines Probegebersystems für den Gaschromatographen, bestehend aus sieben bis zehn parallel geschalteten Probegebern, gekoppelt ist, die Reaktionsrohre in einem Strahlungssofen angeordnet sind und daß in mindestens drei der sieben bis zehn Reaktionsrohre ein Thermoelement hineinragt und die Thermoelemente über einen rotierenden Abgreifer mit dem

Sollwertgeber der Temperaturregung des Strahlungssofens zeitweise verbunden sind. Überraschenderweise wurde gefunden, daß die kurzzeitige nacheinanderfolgende Temperaturregung von mindestens drei der sieben bis zehn Reaktoren zu einer solchen Temperaturkonstanz führt, daß mit der erfindungsgemäßen Anordnung reproduzierbare katalytische Kennzahlen bei der Prüfung der Katalysatoren in Reaktionen mit geringen Wärmetönungen erhalten werden.

Wesentlich für die Erfindung ist, daß die Strömungsgeschwindigkeit in jedem einzelnen Reaktionsrohr getrennt eingestellt werden kann. Ferner ist für die erfolgreiche Anwendung der erfindungsgemäßen Anordnung wesentlich, daß jeder Reaktorausgang der sieben bis zehn Reaktoren mit jeweils einem Probennehmer verbunden ist, wobei die Probennehmer untereinander und mit dem Gaschromatographen so gekoppelt sind, daß die Probenahme gleichzeitig und die Dosierung in den Gaschromatographen nacheinander erfolgen kann. Zudem ist von großer Wichtigkeit, daß als Ofen ein Strahlungssofen eingesetzt wird. Das Prinzip der Versuchsanordnung kann sowohl für katalytische Untersuchungen unter Normaldruck als auch für Untersuchungen unter erhöhtem Druck genutzt werden. Die Gasumstellungen sowie die Proben dosiervorgänge können manuell bzw. automatisch vorgenommen werden. In der bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anordnung erfolgen die Gasumstellungen und Dosiervorgänge automatisch. Mit dem Auslösen des Dosiervorganges wird eine mikrorechnergestützte Auswerteeinheit zur Ermittlung der quantitativen Zusammensetzung der Reaktionsprodukte in Betrieb genommen. Die Erfindung soll anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

Ausführungsbeispiel

Die acht einzelnen Reaktoren der Mehrfachreaktoranlage werden mit den chlorierten $\text{Pt-Al}_2\text{O}_3$ -Versuchskatalysatoren A, B, C, D, E, F, G und H beschickt, wobei die Katalysatoreinwaage 250 mg beträgt. Die Katalysatoren werden unter Wasserstoffströmung in einem Strahlungssofen temperaturprogrammiert auf 300 °C hochgeheizt und 1 h bei dieser Temperatur ausgeheizt. Anschließend wird bei dieser Temperatur durch die Katalysatorschicht ein n-Hexan-Wasserstoffgemisch geleitet. Die Katalysatorbelastung beträgt 1,1 g n-Hexan/g Kat h bei einem H_2 -n-Hexan-Molverhältnis von 12:1. Die Herstellung dieses Gemisches erfolgt durch Einspritzen von n-Hexan mit einer Mikrodosiervorrichtung in die zentrale Wasserstoffleitung. Der Einspritzstelle ist ein Mischgefäß nachgeschaltet. Der Ausgang des Mischgefäßes führt zu einem Gasverteiler, an dem acht durchflußgeregelte Drosseln angeschlossen sind. Der Gasdruck in den Leitungen bis zu den Drosseln beträgt 0,2 MPa. Mit den durchflußgeregelten Drosseln sind über Tauchungen die acht Reaktoren verbunden. Zur Messung und Steuerung der Temperatur in den Reaktoren ragt jeweils in die Katalysatorschicht der Reaktoren 1, 3, 5 und 7 ein Thermoelement. Die Temperaturregung der Reaktoren erfolgt derart, daß die Thermospannungen der Thermoelemente der vier Reaktoren über einen rotierenden Abgreifer dem Sollwertgeber der Temperaturregung des Strahlungssofens zugeführt werden, wobei die Meßzeit für jedes Thermoelement 2 sec beträgt. Nach einer Reaktionszeit von 60 min wird mit dem Probennehmersystem eine gleichzeitige Probenahme an den acht Reaktorausgängen vorgenommen. Anschließend werden die Proben automatisch nacheinander dem Gaschromatographen zur Analyse der Reaktionsprodukte zugeführt.

In der Tabelle 1 sind die Ergebnisse dargestellt.

Tabelle 1

Katalytische Kennzahlen der nach dem Ausführungsbeispiel charakterisierten $\text{Pt-Al}_2\text{O}_3$ -Katalysatoren

Katalysator	n-Hexan-Umsatz in Mol-%	Selektivität der 2,2-Dimethylbutanbildung in Mol-%
A	22,4 ± 0,5	6,0 ± 0,3
B	38,9 ± 0,8	12,5 ± 0,4
C	36,2 ± 0,9	11,8 ± 0,2
D	44,5 ± 1,8	15,7 ± 0,4
E	18,6 ± 0,8	8,4 ± 0,3
F	36,9 ± 1,1	12,8 ± 0,6
G	28,5 ± 0,3	10,4 ± 0,3
H	31,2 ± 0,4	10,9 ± 0,5

Die Ergebnisse lassen erkennen, daß mit der erfindungsgemäßen Anordnung in kurzer Zeit und mit geringem Kostenaufwand zuverlässige Daten erhalten werden.

Translation of
DD 234 941

5 **"Process and Device for Determining the Activity of Catalysts"**

10 **(Abstract)**

Process and device for determining the activity of catalysts in reactions having a low heat of reaction with the objective to lower the costs for testing the catalytic properties of catalysts. The objective of developing a process and a device that deliver, with little effort and high

15 *reliability, characteristic performance figures is solved by means of loading seven to ten reaction tubes that are connected in parallel and heated within a radiation oven with 0.05 to 3 g of a catalytic sample; by means of adjusting gas flow velocities ranging from 2 to 30 l/h in the reaction tubes by means of restrictors ("Drosseln") that are connected in parallel; by means of dosing the substrate that is supposed to be reacted into the purified central gas flow*

20 *that leads to the flow controllers; by means of simultaneously sampling the product by means of a sampler device system of sampler devices that are coupled to the reactor exits; by means of dosing the product as sampled subsequently into the gas chromatograph and by performing the temperature control of the radiation oven by means of at least three thermocouples that are located above the catalytic bed of at least three reaction tubes. The voltage output of the*

25 *thermocouples is relayed to the setpoint device of the temperature control of the radiation oven by means of a rotating contact. The device comprises seven to ten reaction tubes that are connected in parallel. One restrictor ("Drossel"), respectively, is situated before the entrances of the reaction tubes. A dosage point for the substrate with subsequent mixing vessel is incorporated into the central gas supply line that leads to the restrictors that are*

30 *connected in parallel. Each exit of the reaction tube is coupled to a sampler device of a sampler device system for the gas chromatograph consisting of seven to ten sampler devices*

that are connected in parallel. The reaction tubes are arranged within a radiation oven. At least three of the seven to ten reaction tubes contain a thermocouple. The thermocouples are intermittently connected with the setpoint device of the temperature control of the radiation oven by means of a rotating contact.

5

Claim of the Invention:

1. Process for determining the activity of catalysts for reactions having a low reaction heat using integral flow reactors in the temperature range from 293 to 993 K after prior
10 activation of the catalysts, characterized in that seven to ten reaction tubes, which are connected in parallel and are heated within a radiation oven, are loaded with 0.05 to 3 g of the different catalyst samples, that the gas flow velocity ranging from 2 to 30 l/h is adjusted in the reaction tubes by means of restrictors that are connected in parallel, that the substrate to be reacted is dosed into the central purified gas-stream which leads to
15 the flow controllers, that the sampling is performed simultaneously by means of coupled sampler devices being located at the reaction exits of a sampler device system, that the samples are subsequently dosed into the gas chromatograph, and that the temperature control of the radiation oven is achieved by means of at least three thermocouples, which are located above the catalyst beds of at least three reaction tubes, relaying the
20 voltage of the thermocouple of the reaction tubes, subsequently to the setpoint device of the temperature control by means of a rotating contact, wherein the transfer time for each thermocouple is from 1.5 to 4 sec.
2. Device for determining the activity of catalysts, characterized in that seven to ten
25 reaction tubes are connected in parallel, that a restrictor ("Drossel") is located in front of each reactor entrance, that a substrate dosing unit with subsequent mixing vessel is incorporated into the gas supply line, which leads to the restrictors that are connected in parallel, that each reactor exit is coupled to a sampler device of a sampler device system for the gas chromatograph consisting of seven to ten sampler devices that are connected
30 in parallel, that the reaction tubes are arranged within a radiation oven, and that a

thermocouple protrudes into at least three of the seven to ten reaction tubes, and that the thermocouples are at intermittently connected to a setpoint device of the temperature control of the radiation oven by means of a rotating contact at least.

5 Field of Application of the Invention

The invention relates to a process and to a device for determining the catalytic activity of experimental catalysts and of technical catalysts for means of quality control and for preparing the use of the catalysts in production systems having a low reaction heat.

10

Characteristics of the Technical Solutions Known from the Prior Art

It has been known for a long time that the catalytic activity of catalysts can be examined by means of micro-reactor techniques in laboratories and pilot plants. Therein, in many instances, the micro-reactors are coupled to a gas chromatograph that is used for an analysis of the reaction products. The use of such micro-reactor technique is already known from E. BAYER (Angew. Chemie 69, 732 [1957]). This method is known from US patent 2 905 539. For the catalytic examinations, the activity of the catalysts is examined as a function of temperature, pressure, composition of the gas and other examination parameters. It is furthermore known that multiple tube reactors are used for many heterogeneously catalyzed reactions on a technical scale. Therein, the reaction components enter the multiple tube reactor in the gas phase on one end and flow through the individual tubes in which the catalyst is located. Thereby, the educts react and the gaseous reaction products exit at the reactor exits and leave the reactor system collectively.

25

BRD-OS 2 714 939 uses a technical multiple tube reactor for checking the catalytic activity of catalysts, wherein a tube is filled with the catalyst to be tested, the reaction product that exits said tube in the gaseous phase is collected and analyzed. This method is only of limited value for a solution of problems related to explorative research as well as for quality control with respect to technical catalysts since the effort with respect to the catalyst probe is very high and

30

an exact control of temperature is not possible. Furthermore, said method has the same disadvantage as the testing devices according to the prior art, in that the effort with respect to time, material and energy is relatively high.

5 Object of the Present Invention

Object of the present invention is to provide a process and a device for determining the catalytic activity of catalysts used in reactions having a low heat of reaction with the purpose of quality control and for the preparation of catalysts to be used in production devices with a
10 low cost effort.

Disclosure of the Gist of the Present Invention

The object according to the present invention is to develop a process and a device for
15 determining the activity of catalysts in reactions having a low heat of reaction that result in reliable and meaningful characteristic performance figures for the catalytic activity of experimental and technical catalysts at a minimum effort with respect to time, energy and material.

20 This object is solved by means of a process for determining the activity of catalysts in reactions having a low heat of reaction by using integral flow reactors in the temperature range from 293 to 993 K, after having previously activated the catalyst, by means of charging up to ten reaction tubes, which are connected in parallel and heated within a radiation oven, with 0.05 to 3 g of the different catalyst probes, by means of adjusting gas flow velocities
25 ranging from 2 to 30 l/h in the reaction tubes by means of restrictors ("Drosseln") that are connected in parallel, by means of dosing the substrate that is to be reacted into the central, purified gas stream that leads to the flow controllers, by means of simultaneously performing the sampling by means of coupled sampler devices of a sampler device system, the sampler devices being located at the reactor exits, by means of subsequently dosing the samples into a
30 gas chromatograph, and by means of performing the temperature control of the radiation oven

by means of at least three thermocouples that are located above the catalyst beds of at least three reaction tubes, and by means of subsequently relaying the voltages of the reaction tubes to the setpoint device of the temperature control of the radiation oven by means of rotating contacts, wherein the transfer time for each thermocouple ranges from 1.5 to 4 sec. This
5 object is furthermore solved according to the invention by means of a device for determining the activity of catalysts, wherein seven to ten reaction tubes are connected in parallel, wherein a restrictor ("Drossel") is arranged in front of each entrance to the reaction tube, wherein a substrate dosing unit with subsequent mixing vessel is incorporated into the central gas supply line that leads to the restrictors connected in parallel, wherein each reaction exit is coupled
10 with a sampler device of a sampler device system for the gas chromatograph, the sampler device system consisting of seven to ten sampler devices that are connected in parallel, wherein the reaction tubes are arranged within a radiation oven, and wherein a thermocouple protrudes in at least three of the seven to ten reaction tubes, and wherein the thermocouples are at least intermittently connected with the setpoint device of the temperature control of the
15 radiation oven by means of a rotating contact. Surprisingly, it has been found that a temperature control that is performed within short subsequent time intervals in at least three of the seven to ten reactors leads to such a constancy in temperature, that reproducible catalytic characteristic performance figures are obtained by using the device according to the invention for testing the catalysts in reactions having a low heat of reaction.

20

It is essential for the present invention that the flow velocity in each reaction tube can be adjusted separately. Furthermore, it is relevant for the successful application of the device according to the invention that each exit of each reactor of the seven to ten reactors is connected with one sampler device, respectively, wherein the sampler devices are coupled
25 with each other and with a gas chromatograph so that the samples can be taken simultaneously and that the dosage into the gas chromatograph can be performed subsequently. Furthermore, it is of high importance that a radiation oven is used as the oven. The principle of the device according to the invention can be used for catalytic examinations at normal pressure as well as for examinations under increased pressure. The switching of gas
30 supply as well as the sample dosage processes can be performed manually or automatically,

respectively. In a preferred embodiment according to the present invention, switching the gas and dosing is performed automatically. By means of triggering the dosage process, an analysis unit that is based on a micro-computer is made operational, which determines the quantitative composition of the reaction products. The invention shall be illustrated further by means of an
5 example.

Example

The eight individual reactors of the multiple reactor device are loaded with the chlorinated
10 Pt-Al₂O₃ test catalysts A, B, C, D, E, F, G, and H, wherein the catalyst weight is 250 mg. The catalysts are heated up to 300°C under a hydrogen stream in a radiation oven, the temperature of which is pre-programmed. The catalysts are heated for one hour at this temperature. Subsequently, a n-hexane hydrogen mixture is flown through the catalyst layer at this temperature. The loading of the catalysts is 1.1 g n-hexane/g Kat · h at a hydrogen to n-hexane
15 molar ratio of 12:1. The preparation of this mixture is achieved by means of injecting n-hexane by means of a micro-dosage device into the central hydrogen supply line. A mixing vessel is connected after the injection site. The exit of the mixing vessel leads to a gas distribution unit to which eight restrictors ("Drosseln") are connected that are regulated with respect to through-flow. The gas pressure in the lines leading to the restrictors is 0.2 MPa. The
20 eight reactors are connected with the restrictors that are controlled with respect to through-flow by means of dippings. For measuring and controlling the temperature in the reactors, one thermocouple protrudes into the catalyst layer of reactors 1, 3, 5, and 7, respectively. Temperature control of the reaction is performed in a manner so that the thermal voltages of the thermocouples of the four reactors are relayed to the setpoint device of the temperature
25 control of the radiation oven by means of a rotating contact, wherein the measuring time for each thermocouple is 2 sec. After a reaction time of 60 min, samples are taken simultaneously from the eight reactor exits by means of a sampler device system. Subsequently, the samples are relayed automatically and subsequently into the gas chromatograph for the analysis of the reaction products.

30

The results are shown in Table 1.

Table 1

- 5 Catalytical performance figures of the Pt-Al₂O₃ catalysts as characterized according to the example:

Catalyst	n-hexane Conversion in Mol-%	Selectivity of the formation of 2,2-Dimethylbutane in Mol-%
A	22.4 ± 0.5	6.0 ± 0.3
B	38.9 ± 0.8	12.5 ± 0.4
C	36.2 ± 0.9	11.8 ± 0.2
D	44.5 ± 1.6	15.7 ± 0.4
E	18.6 ± 0.6	8.4 ± 0.3
F	36.9 ± 1.1	12.8 ± 0.6
G	28.5 ± 0.3	10.4 ± 0.3
H	31.2 ± 0.4	10.9 ± 0.5

- 10 The results show that reliable data can be obtained using the device according to the invention in a short time period and with a limited cost effort.